

SPECTROPHOTOMÈTRE BECKMAN DU640

U51. ANALYSE FONCTIONNELLE DU SYSTÈME

Mettre l'appareil en marche (interrupteur ON/OFF à l'arrière) dès le début de la séance. Après initialisation, allumer les sources visible et UV par un clic sur VIS_OFF et UV_OFF dans la barre de menu en bas de page.

1.1. Éléments à votre disposition

1.1.1. Matériel

Voir cadre 1.

1.1.2. Documentation

Voir cadre 2.

1.1.3. Logiciels

Voir cadre 3.

Liste du matériel
Spectrophotomètres Beckman DU640 et DU64
Filtre interférentiel
Filtre de densité
Eau distillée
Solutions de sulfate de cuivre
Cuves quartz et PPMA
Micropipettes avec embouts
Support multi-cuvettes
Boîtier électronique
Micro-ordinateur
Imprimante

Liste des logiciels
DU640
Excel

Liste de la documentation
Dossier technique
Fascicule moteurs pas à pas

cadre 1.

1.1.4 Problématique

On se propose de découvrir et de se familiariser avec le fonctionnement d'un spectrophotomètre. Un tel instrument permet de déterminer le taux d'absorption ou de transmission de la lumière par un objet en fonction de la longueur d'onde. L'objectif est de vérifier la loi de Beer-Lambert dans des solutions de sulfate de cuivre, et d'en déduire leur concentration.

1.2. Introduction - définitions

1.2.1. Transmission T

Φ_i et Φ_t sont les flux d'énergie lumineuse incidente et transmise, c'est à dire des puissances rayonnées par unité de surface (proportionnelles aux intensités) voir *cadre 4*.

$$T = \frac{\Phi_t}{\Phi_i}$$

T s'exprime souvent en % (noté %T).

1.2.2. Absorbance A

Un milieu absorbant étant traversé par une lumière de longueur d'onde λ , on définit l'**absorbance** A (ou densité optique DO) :

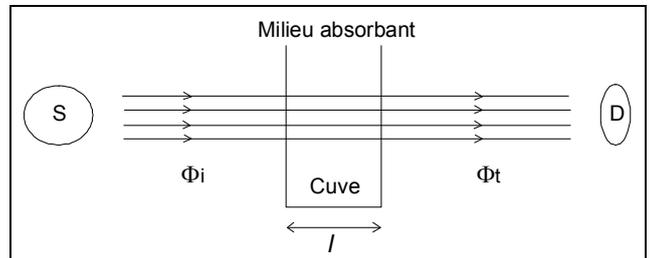
$$A = \log \frac{\Phi_i}{\Phi_t}$$

A, sans unité (noté ABS).

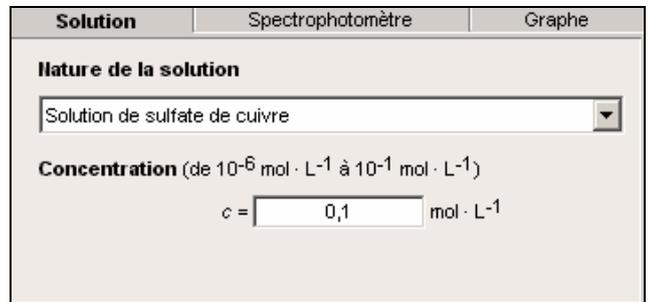
1.2.3. Loi de Beer-Lambert

$$A = \epsilon \ell C \quad (\text{voir cadre 6; cadre 7})$$

- ℓ : longueur du trajet optique dans la cuve en cm (en général 1 cm) ;
- C : concentration (en mol.L⁻¹) ;
- ϵ : coefficient d'absorption molaire (m².mol⁻¹). Il dépend de la longueur d'onde, de la température du solvant et est caractéristique du soluté.



cadre 4.



cadre 5 : Simulation avec *spectro*.

Rq. : Cette loi n'est valable que pour des concentrations relativement faibles au-delà desquelles l'absorbance n'augmente plus linéairement avec C.

1.2.4. Principe de la mesure

1.2.4.1. Enregistrement d'un "blanc"

On ne connaît pas Φ_i . Quant à Φ_t , il résulte de l'atténuation due non seulement à la substance étudiée, mais aussi au solvant, à l'air et aux parois de la cuve.

Il faut donc réaliser un "blanc" : on place le solvant pur dans une cuve de référence. Soit $\Phi_{réf}$ le flux transmis.

L'absorbance est alors :

$$A_{réf} = \log \frac{\Phi_i}{\Phi_{réf}}$$

1.2.4.2. Enregistrement de l'absorbance de l'échantillon

On appellera A_{tot} l'absorbance de l'ensemble air + cuve + solvant + soluté et Φ_t le flux transmis.

$$A_{tot} = \log \frac{\Phi_i}{\Phi_t}$$

L'absorbance recherchée est celle de la substance dissoute : le soluté. On l'appellera échantillon.

L'absorbance $A_{éch}$ de l'échantillon est alors donnée par :

$$A_{éch} = A_{tot} - A_{réf} = \log \left(\frac{\frac{\Phi_i}{\Phi_t}}{\frac{\Phi_i}{\Phi_{réf}}} \right) = \log \frac{\Phi_{réf}}{\Phi_t}$$

La mesure des flux $\Phi_{réf}$ puis Φ_t se fait par l'intermédiaire de détecteurs fournissant des intensités i proportionnelles aux flux.

Si $i_{réf}$ et i_t sont les intensités mesurées lors du blanc puis de l'analyse, on a :

$$A_{éch} = \log \frac{i_{réf}}{i_t}$$

Rq. : Les absorbances sont additives :

$$A_{tot} = (A_{cuve} + A_{solvant} + A_{air}) + A_{éch}$$

$$A_{tot} = A_{réf} + A_{éch}$$

Lorsque la solution est analysée, le blanc est soustrait et la différence en absorbance (ce serait le rapport en transmittance) est mémorisé. C'est l'absorbance de l'échantillon.

Ces données sont reçues par le système qui assure leur traitement et permet de lancer les différentes procédures de pilotage du spectrophotomètre. Les acquisitions peuvent aussi être transférées par liaison RS232 vers un autre ordinateur qui permettra des traitements sous Excel et le lien vers le réseau.

1.3. Simulation

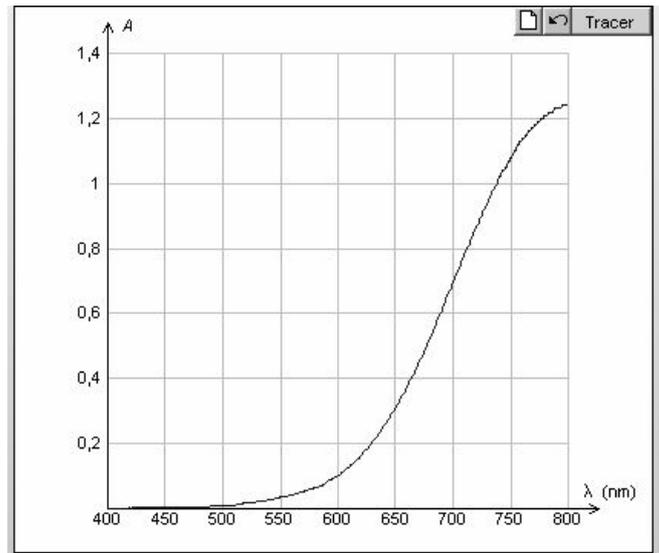
Ouvrir le logiciel *spectro*. Dans "solution" choisir "sulfate de cuivre" puis fixer la concentration à 0,1 mol.L⁻¹ (cadre 5).

Demander le graphe de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

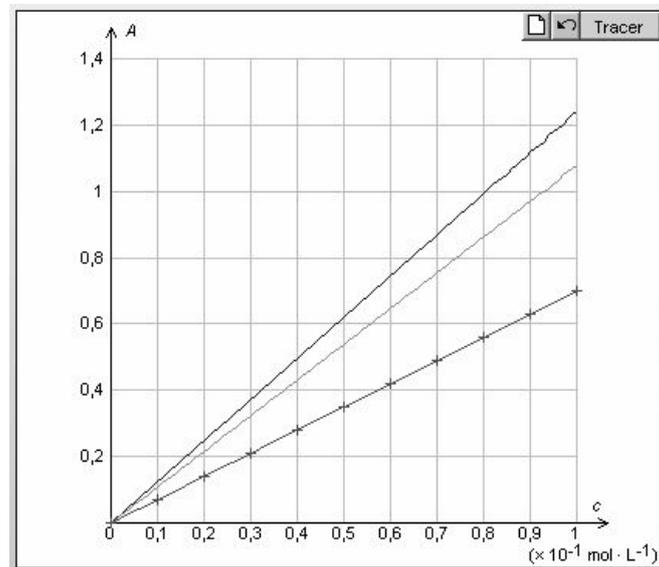
Relever l'absorbance à 700, 750 et 800 nm, voir *tableau 1*.

Demander l'absorbance en fonction de la concentration à 800 nm pour une concentration $C_0 = 0,1 \text{ mol.L}^{-1}$

Relever l'absorbance pour les concentrations indiquées et compléter le *tableau 2*.



cadre 6 : L'absorbance est fonction de λ (exemple d'une solution de CuSO_4 de concentration 0,1 mol L⁻¹).



cadre 7 : L'absorbance croît avec la concentration (exemple de solutions de CuSO_4 à 700, 750 et 800 nm).

λ (nm)	700	750	800
A			

tableau 1 : Absorbance=f(λ) par simulation.

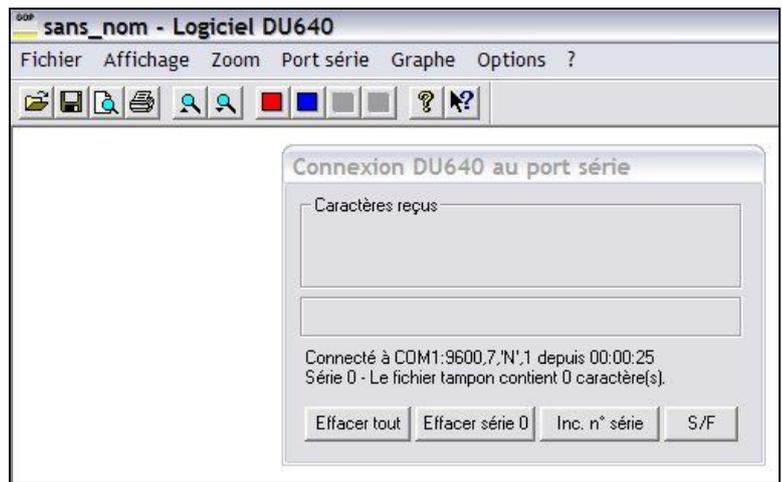
C ($\times 10^{-1} \text{ mol.L}^{-1}$)	0,125	0,25	0,5	0,67	1,0
A					

tableau 2 : Absorbance = f(C) (simulation).

1.4. Logiciel DU640

Le logiciel *DU640* mis à votre disposition permet l'acquisition des mesures par le PC via le port série.

Ouvrir le logiciel et cliquer sur **Port série/Sélectionner et connecter**. La boîte de dialogue *Connexion DU640 au port série* (voir *cadre 8*) doit toujours être ouverte pendant les acquisitions.



cadre 8 : Connexion du DU640 via le port série.

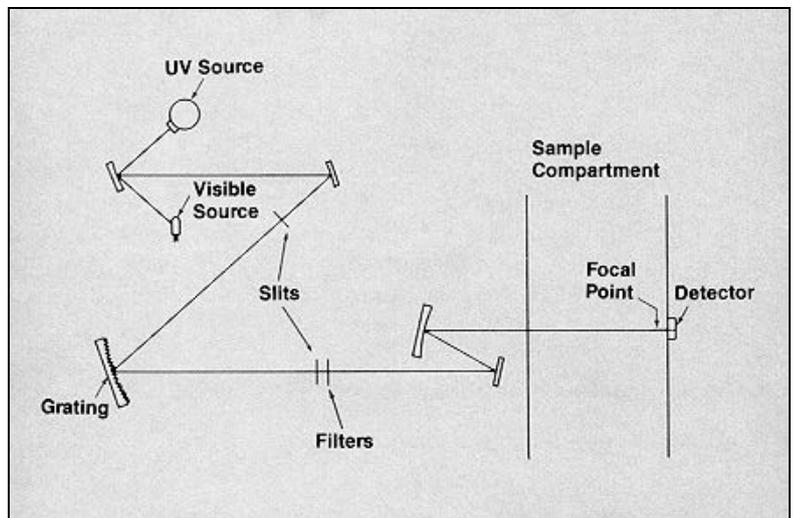
1.5. Le spectrophotomètre Beckman

1.5.1. Description de l'appareil

Observer dans le dossier technique les photos du spectromètre Beckman DU64 dont la partie optique est semblable à celle du DU640. Voir aussi "*Généralités sur les spectrophotomètres*".

Retrouver par une analyse visuelle les éléments figurant *cadre 9*.

Appeler un professeur de physique et décrire le montage optique de l'appareil en précisant la fonction de chaque élément.



cadre 9 : Schéma de principe de l'appareil.

1.5.2. Sensibilité et dynamique du capteur

Quand A augmente de 1 unité, c'est que l'intensité i_t mesurée a été divisée par 10. On est donc limité par la sensibilité mais aussi par la linéarité du détecteur, c'est à dire par la "dynamique" du capteur.

Par quel facteur est multipliée l'intensité électrique fournie par le capteur quand la D.O passe de 3 à 0 (à condition que la réponse reste linéaire) ?

Rechercher dans "*Spécifications techniques DU640*" du dossier technique le domaine d'absorbances mesurables.

1.5.3. Pouvoir de résolution, précision

Si le réseau, le monochromateur, le détecteur sont de bonne qualité, on pourra repérer des absorbances différentes même pour deux longueurs d'onde voisines.

La résolution ne sera plus limitée alors que par l'écart entre deux acquisitions : à 1200 nm/mn, une acquisition est faite tous les nm ; à 600 nm/mn, une acquisition est faite tous les 0,5 nm.

Ceci définit le pouvoir de résolution de l'appareil.

Rechercher dans "*Spécifications techniques DU640*" du dossier technique quelle est la meilleure résolution possible. Quelle est la précision sur la mesure de l'absorbance ?

1.5.4. Domaine spectral d'utilisation - Les sources

Dans le DU64, la source tungstène est utilisée de 200 à 324 nm et la source deutérium de 325 à 900 nm. Le DU640 est utilisable de 190 à 1100 nm dans l'U.V , le visible, et le proche I.R (Voir "*Schéma optique du DU640*" dans le dossier technique) mais les faisceaux sont combinés.

1.5.5. Mode d'acquisition et "blanc"

Lire "*Modes d'acquisition des données*" et "*Principe d'un blanc*" du dossier technique.

Quels sont les modes d'acquisitions possibles ?

Quelles sont les étapes réalisées pendant un "blanc" ?

1.6. S.A.D.T.

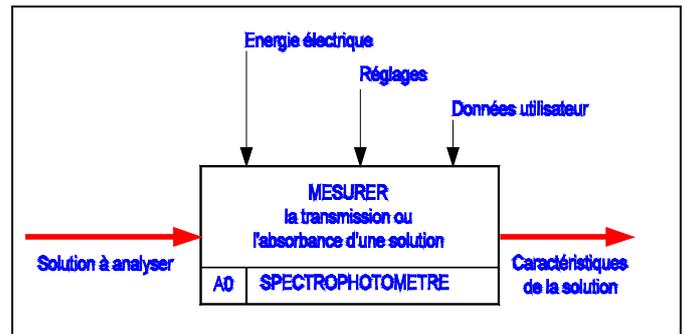
Par la méthode SADT, développer le niveau A0 de l'analyse fonctionnelle *cadre 10*.

1.7. Support multi-cuvettes

Le spectrophotomètre DU640 est doté d'un support multi-cuvettes linéaire à 6 emplacements (voir *cadre 11*) permettant ainsi de faire une analyse de plusieurs échantillons consécutivement. On peut le déplacer par un clic sur "DEVICES" dans le menu permanent.

La translation de ce support est réalisé par un moteur pas à pas.

Nous allons nous intéresser à la commande de ce moteur.



cadre 10 : Analyse descendante niv. A-0.

1.7.1. Fonctionnement général du moteur pas à pas

D'après la documentation sur le principe de fonctionnement et de commande des moteurs pas à pas ("*Pilotage par moteur pas à pas*" du dossier technique), répondre aux questions générales suivantes :

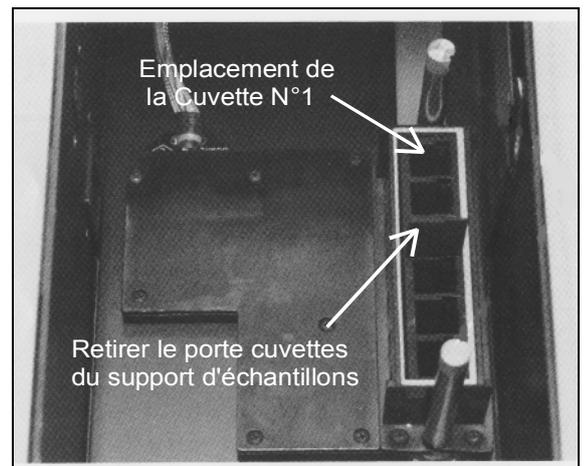
a) Définir :

- La phase d'un moteur ;
- La constante de temps électrique par phase τ_e en fonction de R (résistance par phase) et L(inductance par phase) ;
- Le type de commande unipolaire ou bipolaire.

b) Définir les trois types de moteur pas à pas.

c) Pour le moteur (MAE HY 200) utilisé, définir :

- Son nombre de phases ;
- La résistance d'une phase ;
- Le courant maximal admissible par phase ;
- Le nombre de pas par tour.



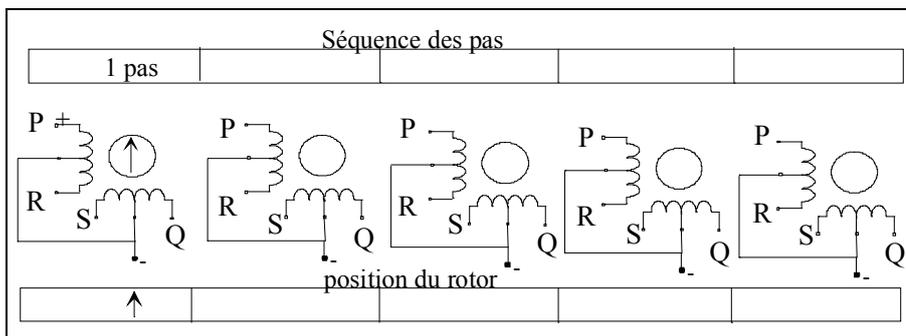
cadre 11 : Porte cuvettes et support d'échantillons.

1.7.2. Différents types de commande

Aidez vous du lien (simulation fonctionnement moteur pas à pas) de la page web correspondant au TP pour essayer de compléter les graphes ci-dessous

■ [Cours et T.P.](#)
 ■ [simulation fonctionnement moteur pas à pas](#)
 ■

a) Commande unipolaire pas entier :



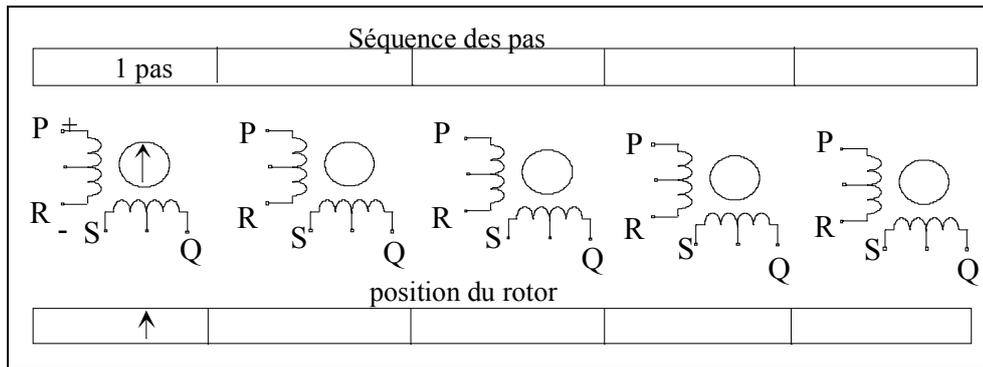
cadre 12 : Commande unipolaire pas entier.

Compléter le *cadre 12* (séquence des pas, position du rotor, alimentation) pour obtenir une rotation dans le sens horaire.

b) Commande bipolaire pas entier :

Compléter le *cadre 13* (séquence des pas, position du rotor, alimentation) pour obtenir une rotation dans le sens horaire.

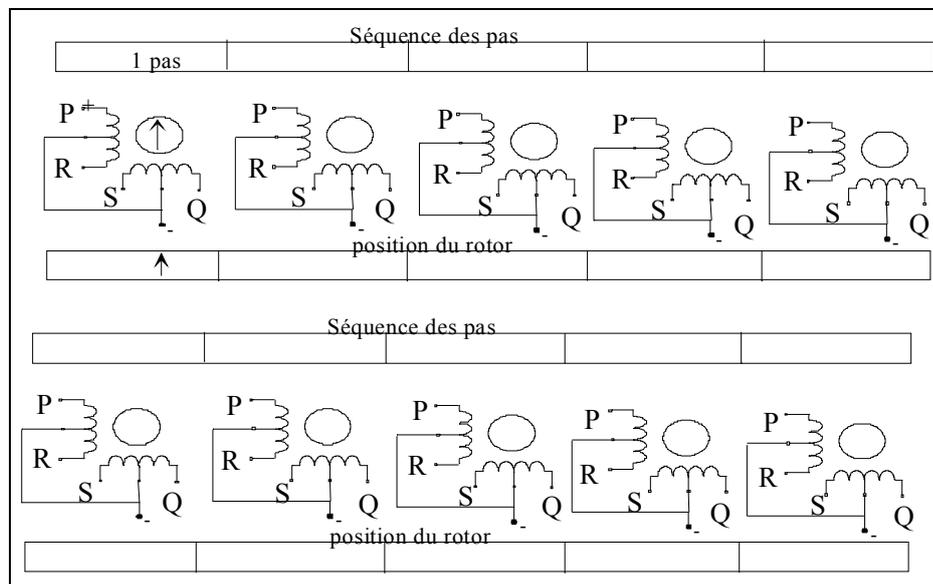
Combien de pas sont nécessaires pour obtenir une rotation de un tour du moteur ?



cadre 13 : Commande bipolaire pas entier.

c) Commande unipolaire demi-pas :

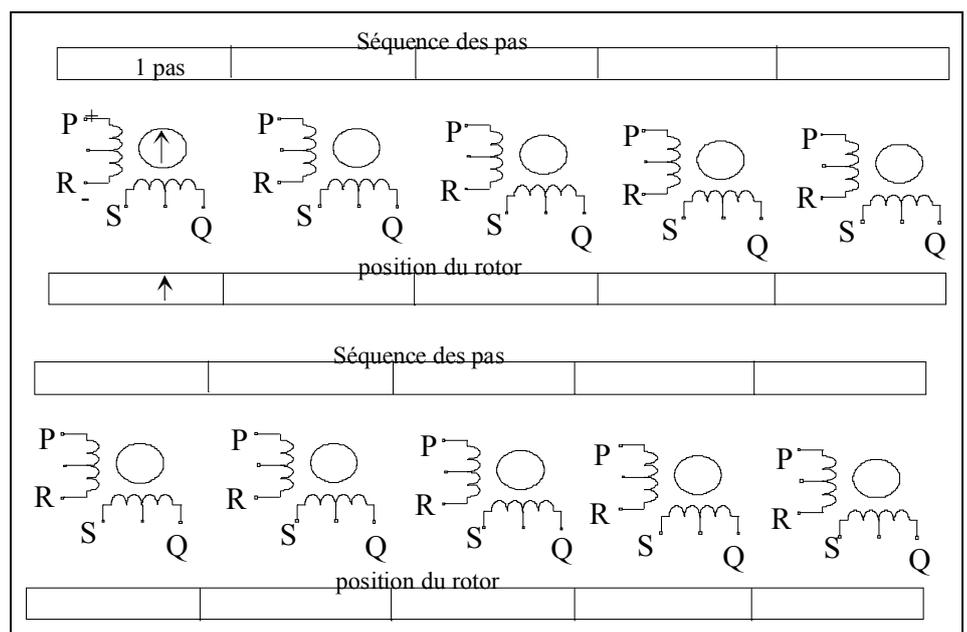
Compléter le *cadre 14* (séquence des pas, position du rotor, alimentation) pour obtenir une rotation dans le sens horaire.



cadre 14 : Commande unipolaire demi-pas.

d) Commande bipolaire demi-pas :

Compléter le *cadre 15* (séquence des pas, position du rotor, alimentation) pour obtenir une rotation dans le sens horaire.



cadre 15 : Commande bipolaire demi-pas.